



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 130 080**

⑫ Número de solicitud: 009701574

⑬ Int. Cl.⁶: D06M 15/03

D06M 11/34

D06M 11/50

D06M 13/262

//D06M 101:12

⑭

PATENTE DE INVENCION

B1

⑮ Fecha de presentación: **15.07.1997**

⑯ Fecha de publicación de la solicitud: **16.06.1999**

Fecha de concesión: **30.11.1999**

⑰ Fecha de anuncio de la concesión: **01.04.2000**

⑱ Fecha de publicación del folleto de patente:
01.04.2000

⑲ Titular/es:
**Consejo Superior Investigaciones Científicas
Serrano, 117
28006 Madrid, ES**

⑳ Inventor/es: **Juliá Ferrés, M^a Rosa;
Erra Serrabasa, Pilar y
Díez Tascón, Juan Manuel**

㉑ Agente: **No consta**

㉒ Título: **Procedimiento para impartir a la lana propiedades de resistencia al encogimiento.**

㉓ Resumen:

Procedimiento para impartir a la lana propiedades de resistencia al encogimiento.

Procedimiento para reducir y/o evitar el encogimiento de artículos confeccionados con fibras queratinicas tales como lana y pelo animal mejorando también la blancura y las características tintóreas y reduciendo la tendencia a la formación de pelusa. El método consiste en la utilización de un biopolímero biodegradable y no tóxico, como el quitosano, aplicado a lana que previamente haya sido sometida a alguno de los siguientes tratamientos: agua oxigenada en condiciones alcalinas, baño de agua a pH neutro o ligeramente alcalino, solución acuosa de tensioactivo aniónico y plasma a baja temperatura y presión.

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el artº 37.3.8 LP.

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. C/Panamá, 1 – 28036 Madrid

ES 2 130 080 B1

DESCRIPCION

Procedimiento para impartir a la lana propiedades de resistencia al encogimiento.

Campos de la técnica

Textil

Estado de la técnica

Las fibras queratínicas, en especial la lana, aunque son muy apreciadas por sus propiedades naturales poseen el inconveniente de fieltarse y encogerse con facilidad siempre que se produzca rozamiento entre fibras en condiciones húmedas. Aunque no se conocen exactamente las causas del encogimiento de las fibras queratínicas, juega un papel importante su carácter hidrófobo y la presencia de escamas en su cutícula.

Existe una variedad de acabados de inencogibilidad para lana con el fin de evitar o minimizar su encogimiento durante el uso y, particularmente, durante el lavado.

Esencialmente existen tres enfoques que se han ido utilizando para conferir inencogibilidad a la lana: a) Tratamiento, denominado degradativo, con un agente químico, preferiblemente oxidante, capaz de modificar la superficie de la fibra, b) Tratamiento aditivo con oligómeros o polímeros, y, c) Tratamiento que es la combinación de los dos anteriores en dos baños diferentes.

Este último enfoque ha sido el más ampliamente estudiado y aplicado en la industria y supone la realización de un pretratamiento en medio acuoso con reactivos químicos, generalmente oxidantes, que, además de modificar químicamente la superficie de la fibra, reducen su tensión superficial crítica favoreciendo la deposición uniforme del prepolímero o del polímero a aplicar posteriormente igualmente en medio acuoso. También se incrementa la permanencia del polímero en la fibra debido a reacciones que pueden tener lugar entre grupos activos de la fibra y del polímero.

Los tratamientos con oxidantes son los más efectivos porque morfológicamente la cutícula escamosa de la fibra se suaviza. Los agentes oxidantes comúnmente usados son el cloro seco y en húmedo, el ácido dicloroisocianúrico, permanganato potásico y ácido permonosulfúrico.

La aplicación de uno o varios oligómeros y/o polímeros imparte resistencia al encogimiento por producirse bien la unión entre fibras que disminuye el movimiento y la fricción entre ellas, la formación de un film de polímero que encapsula las fibras minimizando el rozamiento o la deposición de partículas o agregados de polímero de manera que las fibras se mantienen separadas entre sí.

En un principio los polímeros que se utilizaron fueron agentes reticulantes u homopolímeros como la melamina y resinas de urea-fonaldehído, polisiloxanos y poliácridatos. También se llevó a cabo la policondensación interfacial en presencia de fibras de lana para formar poliamidas y poliureas.

Para reducir el feltraje y encogimiento de la lana se han descrito tratamientos que incluyen cloración y posterior aplicación de polímeros sintéticos, como por ejemplo el descrito en la patente EP 0441421 A1 910814 "Tratamiento de la

lana". También han sido empleados otros pretratamientos distintos de la cloración, tales como alquilaminas, ácido tioglicólico, agua oxigenada o bistilfito sódico, los cuales se hallan descritos en la patente ES 443365 A1 770117 y certificado de adición 4553239 A2 770913 "Nuevo procedimiento para prevenir el encogimiento de fibras textiles" en donde además el polímero se aplica conjuntamente con un tensioactivo de carga opuesta a la del polímero.

Diferentes polímeros y composición de polímeros sintéticos para conferir inencogibilidad a tejidos de lana o materiales que contiene lana han sido también utilizados tal como se describe en la patente EP 0414377 A2 910227 "Polímeros y prepolímeros y sus usos en un método para el tratamiento de la lana".

Algunas variantes de estos procesos consisten, por ejemplo, en un tratamiento previo con un enzima proteolítico, seguido sólo de un tratamiento oxidativo (cloración) o de un tratamiento oxidativo y/o polímero EP 0358386 A2 900314, "Método para el tratamiento de la lana". Otra alternativa implica el empleo de un enzima tipo isomerasa que actúa sobre el puente disulfuro y un cofactor, tal como se indica en la patente EP 0276547 A1 880803 "Tratamiento de materiales de lana".

Otras alternativas consisten en el uso de un agente reductor en presencia de un tensioactivo catiónico, ES 508.125 A1 811218, "Nuevo procedimiento para reducir el encogimiento de tejidos de lana sin el empleo de resinas" y también el de hidrolizados proteicos o queratínicos anfífilos catiónicos y un agente reductor, ES 9102269 A1 940401 "Procedimiento para reducir el encogimiento de las fibras queratínicas y mejorar sus propiedades tintóreas".

A efectos de reducir la contaminación, en patentes más recientes como WO 9200412 A1 920109. "Procedimiento para el tratamiento de la lana" se ha sustituido el tratamiento de cloración bien por un tratamiento con ácido permonosulfúrico, o por un tratamiento simultáneo con peróxido de hidrógeno y ácido permonosulfúrico o sus sales. En la patente EP 0687764 A2 951220 "Método para la modificación de fibras queratínicas", se aplica a las, fibras una fuerza mecánica en presencia de una solución acuosa de una sal de un metal de, transición y después se sumerge en un baño que contiene agentes oxidantes tales como peróxido de hidrógeno y ácido permonosulfúrico. Con ello se consigue un desescamado de las fibras.

Otra patente que evita el proceso de cloración es la WO 9619611 A1 960627, "Método para tratamiento enzimático de la lana" en donde se someten lana o pelos de animales a un proceso de tratamiento con plasma a baja temperatura o a un proceso Delhey (tratamiento con peróxido de hidrógeno en presencia de wolframato soluble) seguido de un tratamiento enzimático proteolítico.

En el mismo contexto de reducción de la contaminación debida a los tratamientos, existen procesos de inencogibilidad que incluyen un tratamiento con plasma a baja temperatura previo tratamiento con elastómeros de silicona o con poliuretanos. En la patente JP 03040866 A2 910221,

“Acabado de tejidos de lana y sus mezclas para reducir el encogimiento al lavado y mejorar las propiedades de lavar y poner”, el proceso descrito consta de un tratamiento con siliconas formadoras de film y después con plasma a baja temperatura.

En JP 04327274 A2 921116, “Tejidos de lana inencogible con mejora de la suavidad”, los tejidos de lana se tratan con plasma a baja temperatura y a continuación con polímeros sintéticos y enzimas.

El rasgo común mayoritario de los procesos de inencogibilidad utilizados es que constan de un tratamiento químico tipo oxidante, de los cuales el más introducido a escala industrial es la cloración, y de un posterior tratamiento con polímeros sintéticos, los cuales pueden contener en su molécula algún compuesto halogenado.

La legislación europea del medio ambiente ha cuestionado los métodos tradicionales de inencogibilidad de la lana que incluyen la cloración y/o la aplicación de un polímero que contenga compuestos halogenados, tal como poliamida-epiclorhidrina. El problema principal radica en la etapa de la cloración, la cual es la causa de un 70 % de los compuestos orgánicos halogenados absorbibles (AOX) que se producen en el proceso de inencogibilidad, siendo la poliamida-epiclorhidrina el responsable del 30 % restante. El problema va más allá del tratamiento ya que los compuestos halogenados que han quedado en la lana pueden fácilmente extraerse durante cualquier tipo de procesado en húmedo.

La novedad de la presente invención es utilizar un biopolímero biodegradable y no tóxico para proporcionar resistencia al encogimiento a fibras queratínicas y a tejidos de fibras queratínicas, en particular lana. También la realización de un pretratamiento, cuando sea necesario que se llevará a cabo mediante la utilización de compuestos químicos compatibles con el medio ambiente tales como peróxido de hidrógeno, tensioactivos aniónicos o mezclas con no iónicos o soluciones acuosas ligeramente alcalinas, o bien un pretratamiento de tipo físico con plasma a baja temperatura y presión o a presión atmosférica. Con dichos procesos se evita la utilización y la generación de compuestos orgánicos halogenados absorbibles (AOX) de elevada toxicidad.

El invento comprende un proceso de una o dos etapas en el que la cutícula de las fibras de lana se modifica adecuadamente de modo que se reduce su coeficiente de fricción y se incrementa su humectabilidad, parámetros altamente responsables del encogimiento, durante el lavado manual o a máquina, de los tejidos confeccionados con fibras queratínicas.

Breve descripción de la invención

Este invento describe un procedimiento para reducir y/o evitar el encogimiento de artículos confeccionados con fibras textiles, en particular fibras queratínicas tales como lana y pelo animal mejorando la blancura y las características tintóreas y reduciendo la tendencia a la formación de pelusa.

El objeto de este invento es proporcionar un proceso de inencogibilidad para fibras queratínicas y sus mezclas con otros tipos de fibras, tal que incluya la aplicación de un polímero na-

tural (biopolímero), biodegradable y no tóxico.

Cuando, según el tipo de prenda, se requiera una total inencogibilidad, es aconsejable la aplicación de un pretratamiento tal que produzca la mínima degradación de las fibras queratínicas y que no cause contaminación de los efluentes.

El biopolímero utilizado en el presente invento es el quitosano cuyas propiedades de biocompatibilidad y biodegradabilidad lo convierten en un sustituto ideal de los polímeros sintéticos utilizados habitualmente en los procesos de inencogibilidad de prendas de lana.

El quitosano es un polisacárido obtenido por desacetilación de la chitin, la cual se halla en abundancia en la naturaleza. El hecho de que el quitosano sea soluble en agua a valores de pH inferiores a 6 y que actúe como un polielectrolito catiónico, permite que se produzca su adsorción en la lana a través de enlaces iónicos. Por otra parte este bajo valor de pH, similar al del punto isoelectrónico de la lana, permite realizar el tratamiento con la garantía de un mínimo daño químico de las fibras queratínicas.

Los pretratamientos que se utilizan en el presente invento se realizan cuando se requiere una total inencogibilidad y su misión es otorgar a las fibras queratínicas una mayor carga superficial de carácter aniónico de manera que se favorezca la posterior adsorción del quitosano y se incremente su fijación en la fibra.

En este invento se han utilizado cuatro tipos de pretratamiento:

1) Un pretratamiento oxidante inocuo y no contaminante tal como el que se consigue con peróxido de hidrógeno en condiciones suaves a pH alcalino, que otorga a la lana un incremento de cargas aniónicas debido a la formación de ácido cisteico, que no afecta negativamente a sus propiedades y que incrementa su grado de blanco.

2) Un pretratamiento que implica acondicionar la lana en medio acuoso a pH neutro o ligeramente alcalino, lo cual confiere a la superficie de la fibra de lana una carga global predominantemente negativa.

3) Otro tipo de pretratamiento es de los llamados aditivos, los cuales no causan ningún tipo de reacción química a la lana, sino que simplemente se produce la adsorción del producto en ella. Consiste en la aplicación de un tensioactivo aniónico bajo unas determinadas condiciones de concentración y pH, de manera que al ser adsorbido en la superficie de las fibras se produce un aumento global de las cargas negativas. Ello se debe a que las moléculas de tensioactivo se unen iónicamente a las cargas positivas de la lana produciéndose un aumento global de centros aniónicos, o también porque el tensioactivo se enlaza hidrofóticamente a los centros superficiales hidrófobos de la lana y ofrece entonces su carga negativa al exterior, e incluso porque una segunda capa de moléculas de tensioactivo se une hidrofóticamente a una primera capa ya adsorbida y en consecuencia la carga negativa sería predominante.

El pH al cual se realiza el pretratamiento con tensioactivo aniónico o sus mezclas con no iónicos influye en la forma de adsorberse el tensioactivo y por consiguiente en la eficacia de la deposición y adsorción del quitosano.

4) Un pretratamiento de tipo físico con plasma bien de aire, oxígeno, nitrógeno o argón a baja temperatura y presión o con aire a presión atmosférica. El tratamiento con aire a presión atmosférica, causa una oxidación superficial en las fibras. En tratamientos a temperatura y presión reducida, por descarga incandescente, se producen electrones e iones de elevada energía que modifican la superficie cuticular más intensamente. Dicho tipo de tratamientos por sí mismos reduce la tendencia al enfieltamiento de las fibras y mejora sus propiedades tintóreas y de resistencia a la formación de pelusa, evitándose tanto el uso de productos químicos tóxicos como de agua. Aunque se mejora la resistencia al encogimiento es necesario un posterior tratamiento con quitosano para cumplir los requisitos de inencogibilidad.

Ninguno de los cuatro pretratamientos utilizados en el presente invento son causa de contaminación, y dependiendo de la calidad de la lana, del tipo de tejido y de su destino de uso, se deberán escoger las condiciones de tratamiento más adecuadas.

Descripción del procedimiento

El procedimiento consta de las siguientes etapas:

1°.- Lavado de la fibra

2°.- Pretratamiento apropiado para incrementar la sustantividad de las fibras hacia el biopolímero.

3°.- Aclarado

4°.- Aplicación del biopolímero

5°.- Secado

Lavado de la fibra

Es deseable un lavado completo para dar un tratamiento uniforme sin el cual el acabado de inencogibilidad no sería efectivo.

Si se trabaja a escala de laboratorio, las muestras de lana se someten a extracción en soxhlet con diclorometano y una vez evaporado todo el disolvente se sumergen en etanol durante 10 minutos, después se aclaran repetidas veces con agua y finalmente se dejan secar a temperatura ambiente.

En la industria es preferible usar un lavado tal como una solución de 2 g/l de tensioactivo no iónico en presencia o ausencia de cargas.

Pretratamiento apropiado para incrementar la sustantividad de las fibras hacia el biopolímero.

Pretratamiento oxidante: muestras de lana se tratan durante un tiempo entre 1 y 3 horas en una solución acuosa conteniendo entre 1 y 3 volúmenes de peróxido de hidrógeno en, presencia de un humectante tal como el Triton X-100 y un estabilizador como el pirofosfato sódico, siendo el valor de pH de 9,0. Acabado el tratamiento las muestras se escurren en un fulard, se aclaran bien con agua y una vez secas están ya disponibles para la aplicación del biopolímero.

Pretratamiento en medio acuoso a RH neutro o ligeramente alcalino: muestras de lana se tratan entre 15 y 120 minutos en agua a la temperatura comprendida entre 30 y 60°C cuyo valor de pH debe estar comprendido entre 4 y 9, consiguiéndose mediante adición de acetato sódico, e hidróxido sódico, respectivamente. Finalizado el tratamiento las muestras se aclaran bien con agua, se escurren y se dejan secar al aire.

Pretratamiento con tensioactivo aniónico: mues-

tras de lana se tratan en una solución acuosa conteniendo un tensioactivo aniónico tal como el lauril sulfato sódico, estando la temperatura del baño entre 30 y 60°C y siendo el tiempo de tratamiento suficientemente largo para asegurar que se haya llegado al equilibrio de adsorción del tensioactivo en la lana. Acabado el tratamiento las muestras se escurren en un fulard, se aclaran bien con una solución acuosa al mismo valor de pH bajo el cual se ha realizado el tratamiento y se dejan secar al aire, estando ya dispuestas para la aplicación del biopolímero.

Pretratamiento

con descarga incandescente: muestras de lana se tratan con plasma de aire, oxígeno o argón a baja temperatura y presión (1 mbar) con potencias de 50 a 300W durante un corto tiempo (30s -500s) de modo que su humectabilidad se incremente considerablemente favoreciendo así la adsorción del quitosano.

Aplicación del biopolímero

Las muestras de lana, pretratadas o no, se introducen en una solución acuosa de quitosano que contiene 3g/L de ácido acético, a temperatura ambiente y entre 15 y 60 minutos, al cabo de los cuales se escurren en fulard.

El tratamiento con quitosano puede también hacerse en fulard siendo aconsejable hacer varias pasadas para asegurar la uniformidad del tratamiento.

Secado

El secado de las muestras puede hacerse mediante aplicación de calor a cualquier temperatura e incluso dejando secar la muestra a temperatura ambiente.

Ensayo de lavado para evaluar el encogimiento de las muestras

Todas las muestras fueron sometidas a un ensayo de lavado acuoso en una lavadora Wascator Fom 71 de acuerdo con el test de encogimiento del IWS (IWS Test Method 31) en donde una prenda se considera lavable a máquina cuando el porcentaje de encogimiento obtenido después de dos ciclos 5A de lavado acuoso, es inferior al 8 %, mientras que se considera lavable a mano cuando después de un ciclo 5A de lavado acuoso el porcentaje de encogimiento es inferior a 8 %. Cuando después del lavado se produzca un ligero incremento del área del tejido, el resultado de encogimiento irá precedido por el signo +.

Con objeto de facilitar la comprensión del presente invento, se procederá a exponer algunos ejemplos en que se vea claramente la aplicación del procedimiento anteriormente descrito para otorgar propiedades de inencogibilidad a prendas de lana.

Debe tenerse en cuenta, sin embargo, que estos ejemplos se dan únicamente a título de ilustración del invento y no constituyen ninguna limitación del mismo.

Ejemplo 1

Lana merino tipo botany en forma de género de punto con un factor de cobertura 1,28 tex/mm, fue extraída con diclorometano en un soxhlet haciendo 4 sifonadas, seguido de un lavado con etanol durante 10 minutos, un aclarado con agua y finalmente dejada secar al aire. Después se introdujo en un baño acuoso a pH 9,0 conteniendo 2

volúmenes de peróxido de hidrógeno, 2g/l de Triton X-100 y 2g/l de pirofósforo sódico a la temperatura de 70°C durante 1 hora siendo la relación de baño de 30 ml de solución para cada gramo de lana. Después la muestra se escurrió, se aclaró con agua y se dejó secar al aire. Seguidamente se introdujo en un baño acuoso a temperatura ambiente conteniendo 1 % de quitosano el cual previamente se había disuelto en solución acética de 3g/l. Al cabo de 5 minutos la muestra se, escurrió en fulard y se repitió esta misma operación de impregnación y escurrido dos veces más utilizando el mismo baño, acabado lo cual la muestra se dejó secar al aire.

Se examinó el área de encogimiento a los dos ciclos de lavado, que resultó ser de 7,5 %. En la muestra sin tratar fue de 51,9 %

Ejemplo 2

El ejemplo 1 fue repetido realizando el tratamiento con peróxido de hidrógeno a 60°C durante 2 horas. El encogimiento a los dos ciclos fue del 8 %.

Ejemplo 3

Lana merino tipo botany en forma de género de punto con un factor de cobertura 1,05 tex/mm, fue lavada tal como se describe en el ejemplo 1. Después se introdujo en un baño acuoso a un pH de 2,2 conteniendo el tensioactivo aniónico lauril sulfato sódico a la concentración de 0,1 peso/volumen, a la temperatura de 50°C durante 120 minutos y con una relación de 50 ml de baño por cada gramo de lana. Después se escurrió la muestra y se aclaró con agua al mismo valor de pH 2,2 al cual se había realizado el tratamiento y se dejó secar al aire. Después se introdujo en un baño acuoso de quitosano al 0,75 % conteniendo 3g/l de ácido acético, a temperatura ambiente durante 60 minutos y con una relación de 20 ml de baño por cada gramo de lana. Finalmente se escurrió la muestra en fulard y se dejó secar al aire. Se examinó el área de encogimiento a un ciclo de lavado que fue de 7 % y a dos ciclos que fue de 18,3 %. La lana sin tratar dio 19,6 % a un ciclo de lavado y 38,8 % a los dos ciclos.

Ejemplo 4

El ejemplo 3 fue repetido utilizando una concentración de lauril sulfato sódico de 0,3 %. El área de encogimiento al primer ciclo fue de 0 % y de 0,2 % al segundo ciclo.

Ejemplo 5

El ejemplo 3 fue repetido realizando el tratamiento a pH 4,0. El área de encogimiento al primer ciclo fue de 1,7 % y de 4,4 % al segundo ciclo.

Ejemplo 6

El ejemplo 5 fue repetido en ausencia del tensioactivo. El área de encogimiento al primer ciclo fue de 4,6 % y de 9,9 al segundo ciclo.

Ejemplo 7

El ejemplo 6 fue repetido aunque manteniendo el baño acuoso a pH 6,0. El área de encogimiento al primer ciclo fue de 0 % y de 2,1 % al segundo ciclo.

Ejemplo 8

El ejemplo 3 fue repetido realizando el tratamiento a pH 11,8. El área de encogimiento al primer ciclo fue de 2,8 % y de 3,2 % al segundo ciclo.

Ejemplo 9

El ejemplo 6 fue repetido aunque manteniendo el baño acuoso a pH 11,8. El encogimiento al primer ciclo fue de 0,8 % y de 1,8 % al segundo ciclo.

Ejemplo 10

Lana merino tipo botany en forma de género de punto con un factor de cobertura 1,28 tex/mm, fue lavada tal como se describe en el ejemplo 1. Después se sometió a un tratamiento con plasma de aire a baja presión (1 mbar) con una potencia de 100 W durante 60 segundos y después se introdujo en un baño acuoso de quitosano al 0,75 % conteniendo 3g/l de ácido acético, a temperatura ambiente durante 60 minutos y con una relación de 20 ml de baño por cada gramo de lana. Finalmente se escurrió la muestra en fulard y se dejó secar al aire. Se examinó el área de encogimiento a un ciclo de lavado que fue de +3,7 % y a dos ciclos que fue de 7,5 %. La lana sin tratar dio 46,3 % a un ciclo de lavado y 62,3 % a los dos ciclos.

Ejemplo 11

El ejemplo 10 fue repetido con un tiempo de tratamiento con plasma de 250 segundos. El área de encogimiento al primer ciclo fue de 0,5 % y de 8,2 % al segundo ciclo.

Ejemplo 12

El ejemplo 10 fue repetido con una potencia de plasma de 250 W y un tiempo de 60 segundos. El área de encogimiento al primer ciclo fue de +2,2 % y de +1,5 % al segundo ciclo.

Ejemplo 13

El ejemplo 10 fue repetido utilizando plasma de oxígeno en vez del de aire. La potencia fue de 100 W y el tiempo de tratamiento de 60 segundos. El área de encogimiento al primer ciclo fue de 1,4 % y también de 1,4 % al segundo ciclo.

Ejemplo 14

El ejemplo 13 fue repetido para un tiempo de tratamiento de plasma de 300 segundos. El área de encogimiento al primer ciclo fue de 3,0 % y de 12,6 % al segundo ciclo.

Ejemplo 15

El ejemplo 13 fue repetido para una potencia de 250 W y un tiempo de tratamiento de 60 segundos. El área de encogimiento al primer ciclo fue de 2,2 % y de 4,5 % al segundo ciclo.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para impartir a la lana propiedades de resistencia al encogimiento **caracterizado** porque la fibra o tejido antes de aplicarle un polímero, se somete bien a un tratamiento oxidante no contaminante, a un tratamiento acuoso cuyo valor de pH oscila entre 4 y 11,8, a un tratamiento acuoso con un tensioactivo aniónico o a un tratamiento de plasma a baja temperatura y presión.

2. Procedimiento según reivindicación 1, **caracterizado** porque el polímero es el quitosano (polisacárido catiónico de procedencia natural).

3. Procedimiento según reivindicación 1, **caracterizado** porque el pretratamiento oxidante se realiza en solución acuosa con peróxido de hidrógeno a la concentración entre 1 y 3 volúmenes, preferentemente 2 volúmenes y debiendo estar la temperatura comprendida entre 60 y 70°C y un tiempo de tratamiento entre 1 y 2 horas, preferentemente 2 horas. El valor de pH debe ser 9,0.

4. Procedimiento según reivindicación 1, **caracterizado** porque para pretratamiento con tensioactivo aniónico se emplea un alquilsulfato lineal, preferentemente el dodecil sulfato sódico

(lauril sulfato sódico); la concentración del tensioactivo debe estar comprendida entre 5 y 30 % sobre peso de lana, siendo preferible las concentraciones bajas para afectar al mínimo la suavidad de la lana.

5. Procedimiento según reivindicación 4, **caracterizado** porque el pH del baño de tratamiento con el lauril sulfato sódico puede estar comprendido entre 2,2 y 11,8.

6. Procedimiento según reivindicación 1, **caracterizado** porque el pH del baño de tratamiento sólo con agua puede estar comprendido entre 4 y 11,8 utilizándose ácidos, sales o álcalis capaces de conferir al medio el pH deseado, tales como ácido clorhídrico, acetato sódico o hidróxido sódico, debiendo estar la temperatura comprendida entre 30 y 60°C, preferentemente 50°C, y el tiempo de tratamiento entre 15 y 120 minutos, preferentemente 90 minutos.

7. Procedimiento según reivindicación 1, **caracterizado** porque el tratamiento con plasma a baja temperatura se realiza bien con aire a presión atmosférica o a presión reducida bien con oxígeno, con nitrógeno o con argón a presión reducida y a una potencia comprendida entre 100 y 250 W y con un tiempo de tratamiento entre 60 y 300 segundos.



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA

- ⑪ ES 2 130 080
⑫ N.º solicitud: 9701574
⑬ Fecha de presentación de la solicitud: 15.07.97
⑭ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑮ Int. Cl.⁶: D06M 15/03, 11/34, 11/50, 13/262 // D06M 101:12

DOCUMENTOS RELEVANTES

| Categoría | Documentos citados | Reivindicaciones afectadas |
|-----------|--|----------------------------|
| X | WO 9200412 A1 (PRECISION PROCESSES-TEXTILES-LTD) 09.01.1992, todo el documento, en particular reivindicaciones 1,2. | 1,3 |
| X | EP 0356950 A2 (BASF AKTIENGESSELLSCHAFT) 07.03.1990, página 2, líneas 5-9. | 1 |
| X | ZUCHAIRAH, I.M. et al., "Effect of glow discharge-polymer treatments on the shrinkage behavior and physical properties of wool fabric", Textile Res. J., enero 1997, Vol. 67, páginas 69-74, todo el documento, en particular resumen. | 1 |
| A | Todo el documento. | 7 |
| A | US 3746858 A (PAVLATH, A.E. et al.) 17.07.1973, todo el documento. | 1,7 |
| A | ES 0443365 A (CSIC) 16.04.1977, todo el documento. | 1,4,5 |

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones n.º:

Fecha de realización del informe
10.05.99

Examinador
A. Maquedano Herrero

Página
1/1